

(51) Internationale Patentklassifikation 5 : B01D 5/00, 3/06, 1/00 B01D 1/28	<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 93/24198</b> (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 9. Dezember 1993 (09.12.93)
--	-----------	--

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT EP93 01361 (22) Internationales Anmeldedatum: 30. Mai 1993 (30.05.93) (30) Prioritätsdaten: P 42 18 451.7 4. Juni 1992 (04.06.92) DE (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten außer US): TRANS- FERON WÄSCHEREIMASCHINEN GMBH (DE/ DE); Lugwaldstr. 17-19, D-7130 Mühlacker (DE). (72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): RANNO, Michael (DE/ DE); Gündenhäuser 39, D-7860 Schopfheim (DE). (74) Anwälte: OSTERTAG, Ulrich usw.; Drs. U. und R. Oster- tag, Eibenweg 10, D-7000 Stuttgart 70 (DE).	(81) Bestimmungsstaaten: FI, JP, NO, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)  Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht</i>
--	---

**(54) Title: PROCESS AND DEVICE FOR TREATING CONTAMINATED HIGH BOILING SOLVENTS**

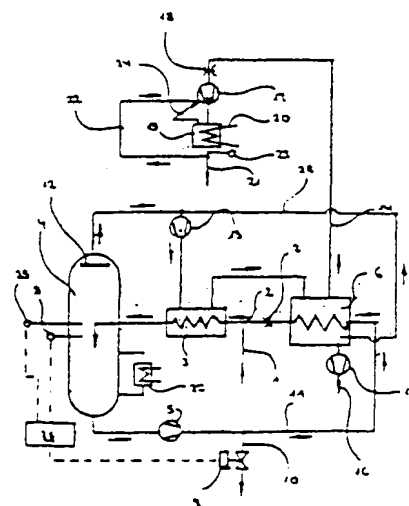
**(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR AUFBEREITUNG VERUNREINIGTER HÖHERSIEDENDER LÖSEMittel SO-  
WIE VORRICHTUNG ZUR DURCHFÜHRUNG DES VERFAHRENS**

**(57) Abstract**

A process and device are disclosed for treating contaminated high boiling solvents, such as those produced for example in chemical cleaning machines. The evaporable solvents and low boiling impurities are separated during a first separation step in a flash evaporator (4) from the high boiling impurities that are retained as a residue, and are supplied by a volumetric ventilator (13) to a condenser (6) where a second separation step is carried out, in which the low boiling impurities are separated from the pure solvent; the first are extracted as vapour and are condensed in a separate, outwardly cooled condenser (20), whereas the pure solvent is condensed in the first condenser (6) and recycled.

**(57) Zusammenfassung**

Bei einem Verfahren bzw. in einer Vorrichtung zur Aufbereitung verunreinigter höhersiedender Lösemittel, wie sie beispielsweise in Chemisch-Reinigungsmaschinen anfallen, werden in einem ersten Trennschnitt in einem Entspannungsverdampfer (4) die verdampfenden Lösemittel und niedrigsiedenden Verunreinigungen von den als Rückstand zurückbleibenden höhersiedenden Verunreinigungen getrennt und von einem volumetrisch wirkenden Gebläse (13) einem Kondensator (6) zugeführt. Dort erfolgt ein zweiter Trennschnitt, in dem die niedrigsiedenden Verunreinigungen von dem reinen Lösemittel getrennt werden: erstere werden in Dampfform abgesaugt und werden in einem getrennten, extern gekühlten Kondensator (20) auskondensiert; das reine Lösemittel dagegen wird bereits im ersten Kondensator (6) auskondensiert und der Wiederverwertung zugeführt.



# LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfhögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
AU	Australien	GA	Gabon	MW	Malawi
BB	Barbados	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BE	Belgien	GN	Guinea	NO	Norwegen
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	NZ	Neuseeland
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	PL	Polen
BJ	Benin	IE	Irland	PT	Portugal
BR	Brasilien	IT	Italien	RO	Rumänien
CA	Kanada	JP	Japan	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SD	Sudan
CG	Kongo	KR	Republik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KZ	Kasachstan	SK	Slowakische Republik
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	SU	Soviet Union
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TD	Tschad
CZ	Tschechischen Republik	MC	Monaco	TG	Togo
DE	Deutschland	MG	Madagaskar	UA	Ukraine
DK	Dänemark	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
ES	Spanien	MN	Mongolei	VN	Vietnam
FI	Finnland				

Verfahren zur Aufbereitung verunreinigter höher siedender Lö-  
semittel sowie Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens  
05 =====

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Aufbereitung ver-  
unreinigter, höher siedender Lösemittel, bei welchem in  
einem Verdampfungsprozeß alle Bestandteile des verunreinigten  
10 Lösemittels mit Ausnahme der höher siedenden Verunreinigungen  
in Dampfform übergeführt werden und bei welchem nachfolgend  
das Lösemittel kondensiert wird,

sowie eine  
15

Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens mit

- a) einer Verdampfungseinrichtung, in welcher alle Bestand-  
teile des verunreinigten Lösemittels mit Ausnahme der  
20 höher siedenden Verunreinigungen in Dampfform übergeführt  
werden;
- b) einem Kondensator, in welchem das Lösemittel aus der  
Dampfform kondensiert wird.

25

Als organisches Lösemittel bei der Reinigung von Textilien  
und Leder wird bisher vorzugsweise Perchlorethylen verwendet.  
Dieses Lösemittel besitzt einen verhältnismäßig niedrigen  
Siedepunkt von etwa 121° C. Die Aufbereitung des verschmutz-  
30 ten Lösemittels erfolgt durch einfache Blasendestillation  
bei Atmosphärendruck. Lösemittel und Wasser werden abde-  
stilliert, kondensiert und durch Schwerkraft voneinander  
getrennt. Alle Schmutzstoffe, die aus dem Reinigungsgut  
in das Lösemittel gelangt sind, bleiben im Destillations-  
35 rückstand zurück und werden chargenweise als Restschlamm

aus der Destillierblase entnommen.

Wegen der ökologischen Nachteile von Perchlorethylen wird zunehmend auf andere Lösemittel, insbesondere auf Kohlenwasserstoffe, umgestellt. Dabei werden aus Sicherheitsgründen Produkte mit einem Siedepunkt oberhalb von etwa 170° C und einem Flammpunkt oberhalb von 55° C eingesetzt. Auch derartige höhersiedende Lösemittel müssen bei der Trocknung des Reinigungsgutes im geschlossenen Kreislauf völlig zurückgewonnen und regeneriert werden. Dies geschieht gegenwärtig auf dieselbe, oben bereits geschilderte Weise, in welcher auch die Aufbereitung von Perchlorethylen erfolgt, nämlich durch Destillation in einer Destillierblase, die allerdings unter Vakuum betrieben wird. Zwar ist die bekannte Vorrichtung verhältnismäßig einfach; der Reinigungseffekt ist aber - anders als bei Verwendung für Perchlorethylen - mangelhaft. Im Lösemittel werden nämlich aus den Textilien sowohl nicht flüchtige (höhersiedende) als auch flüchtige (niedrigsiedende) Bestandteile aufgenommen. Beim Arbeiten mit Perchlorethylen verbleiben die niedrigsiedenden Bestandteile bei der Destillation im Rückstand, weil ihre Siedepunkte höher als der des Perchlorethylens liegen. Diese Situation ändert sich bei Verwendung höhersiedender Lösemittel: Der Siedepunkt der niedrigsiedenden Verunreinigungen liegt unter dem des bei 170 bis 190° C siedenden Lösemittels; diese Verunreinigungen gehen daher bei der Verdampfung in das Destillat mit über. Sie werden somit im Lösemittel angereichert. Dies führt letztendlich zu einer Absenkung des Flammpunktes des Lösemittels auf unter 55° C oder gar unter 21° C, womit das Lösemittel in die Sicherheitsgruppen A2 oder gar A1 der Kategorien brennbarer Flüssigkeiten gelangt. Dann darf die chemische Reinigung nicht mehr unter den bis daher vorgesehenen Bedingungen betrieben werden; explosions sichere elektrische Installationen müssen eingebaut und weitere ähnliche Sicherungsvorkehrungen getroffen werden.

Nachteilig bei dem bekannten Verfahren und der bekannten Vorrichtung zur Aufbereitung höhersiedender Kohlenwasserstoffe ist ferner, daß die in der Destillierblase verbleibenden Rückstände einer dauerhaften, hohen Temperaturbelastung ausgesetzt sind, weil diese Rückstände nur einmal am Tag oder noch seltener entnommen werden und damit lange in der beheizten Destillierblase verbleiben. Diese lange Verweilzeit bei der hohen Oberflächentemperatur des beheizten Destillierblasenbodens führt zur Zersetzung und Umwandlung der Schmutzstoffe, aus denen sich dabei Geruchsträger bilden. Diese Stoffe werden bei höhersiedenden Lösemitteln in der Blasendestillation mit übergetrieben und im Lösemittel angereichert. Auch hierdurch ist das Lösemittel auf Dauer für die Reinigung nicht mehr verwendbar.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren bzw. eine Vorrichtung der eingangs genannten Art so auszugestalten, daß eine vollständige Reinigung des Lösemittels gewährleistet ist.

Diese Aufgabe wird bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß

in dem nachfolgenden Kondensationsprozeß durch Wahl von Temperatur und/oder Druck selektiv das Lösemittel kondensiert wird, während niedrigsiedende Verunreinigungen in der Dampfphase verbleiben.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden somit anders als beim bekannten Verfahren zwei "Trennschnitte" vorgenommen, in denen eine Absonderung des Lösemittels von Verunreinigungen erfolgt: Der erste "Trennschnitt" entfernt die höhersiedenden Verunreinigungen aus dem Lösemittel.

Hierzu werden Lösemittel und alle niedrigsiedenden Ver-

unreinigungen verdampft, während die höhersiedenden Verunreinigungen als Rückstand zurückbleiben. Im zweiten "Trennschnitt" wird dann durch Wahl der Verfahrensparameter Temperatur und/oder Druck das Lösemittel von den  
05 niedrigsiedenden Verunreinigungen getrennt. Dabei wird das Lösemittel selektiv auskondensiert, während die niedrigsiedenden Verunreinigungen zunächst noch in Dampfform verbleiben und erst später in einem separaten, extern gekühlten Kondensationsprozeß gewonnen werden. Das mit dem  
10 erfindungsgemäßen Verfahren aufbereitete Lösemittel ist somit frei von allen Verunreinigungen, seien diese nun niedrig- oder höhersiedend. Eine Anreicherung mit insbesondere niedrigsiedenden Verunreinigungen, welche eine Verschiebung des Flammpunktes zur Folge haben könnte, tritt nicht  
15 mehr auf.

Die Verdampfung des verschmutzten Lösemittels erfolgt bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel des Verfahrens in einem Entspannungsvorgang. Der Entspannungsvorgang  
20 steht im Gegensatz zur bisher verwendeten Blasendestillation. Das verschmutzte Lösemittel und insbesondere der sich bildende Rückstand steht dabei nicht mehr längere Zeit in Berührung mit einer heißen Oberfläche. Die Zersetzung und Umwandlung von Schmutzstoffen, bei welcher  
25 sich Geruchsträger bilden können, ist damit vermindert.

Vorteilhafterweise werden die im Verdampfungsprozeß entstehenden Dämpfe beim Absaugen komprimiert und die dabei den Dämpfen zugeführte Wärme sowie die Verdampfungsenthalpie  
30 werden zur Vorheizung des der Verdampfung zugeführten verunreinigten Lösemittels eingesetzt. Bei sorgfältiger Führung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann so durch die mechanische Energie, die bei der Komprimierung den Dämpfen zugeführt wird, sowie durch die Rückgewinnung der Verdampfungsenthalpie  
35 auf eine gesonderte Heizung weitgehend verzichtet werden.

Die im Verdampfungsprozeß entstehenden Dämpfe sollten volumetrisch zum Kondensationsprozeß gefördert werden. Hierdurch wird eine Verschiebung des Partialdruckverhältnisses vermieden, welche eine Verschlechterung des Wirkungsgrades bei der selektiven Kondensation zur Folge hätte.

Der bei dem Verdampfungsprozeß zurückbleibende Rückstand kann mehrfach im Kreis der Verdampfung zugeführt werden, bis er annähernd vollständig aus höhersiedenden Verunreinigungen besteht. Im Gegensatz zum bekannten Verfahren werden somit nicht "auf einen Schritt" alle niedriger siedenden Komponenten aus dem verschmutzten Lösemittel entfernt. Vielmehr erfolgt dies in einer Vielzahl von Durchgängen durch den Verdampfungsprozeß, so daß die Verweildauer des verschmutzten Lösungsmittels bzw. des Rückstandes in der Verdampfungseinrichtung verhältnismäßig kurz ist. Auch dies reduziert die Gefahr, daß bei der Verdampfung eine Zersetzung von Verunreinigungen eintritt.

Nach einem weiteren Merkmal des erfindungsgemäßen Verfahrens kann der Siedepunkt des sich beim Verdampfen bildenden Rückstands überwacht werden; bei einer signifikanten Verschiebung wird der im Kreislauf befindliche Rückstand abgezogen. Mit diesem Merkmal hat es folgende Bewandtnis: Durch das ständige Imkreisführen über den Verdampfungsprozeß reichert sich der sich hierbei bildende Rückstand zunehmend mit höhersiedenden Verunreinigungen an, bis er schließlich nahezu vollständig aus solchen Verunreinigungen besteht. Dieser Prozeß ist mit einer entsprechenden Verschiebung des Siedepunktes des Rückstandes verbunden, die durch Überwachung des Druckes und/ oder der Temperatur in der Verdampfungseinrichtung erfaßt werden kann. Eine signifikante Siedepunktverschiebung wird daher als Anzeichen dafür genommen, daß der Rückstand nunmehr fast ausschließlich aus höhersiedenden

Verunreinigungen besteht und abgezogen werden kann.

Zu einem günstigen Energiehaushalt des erfindungsgemäßen Verfahrens trägt weiter bei, wenn der bei der Verdampfung  
05 zurückbleibende Rückstand als Kühlmittel bei der Kondensation der entstandenen Dämpfe verwendet wird.

Die Trennung der niedrigsiedenden Verunreinigungen von dem Lösemittel in dem selektiven Kondensationsprozeß erfordert eine präzise Steuerung des Druckes, bei dem dieser  
10 Vorgang stattfindet. Hierbei empfiehlt sich besonders eine Ausgestaltung des Verfahrens, bei welcher die Abtrennung des Lösemittels von den niedrigsiedenden Verunreinigungen bei einem Druck erfolgt, welcher dem Partial-  
15 druck einer als Pumpmedium verwendeten Flüssigkeit entspricht. Dieser Partialdruck ist sehr gut definiert und läßt sich auch sehr gut reproduzieren.

Dabei empfiehlt sich weiter, daß der Partialdruck der  
20 als Pumpmedium verwendeten Flüssigkeit durch Regelung von deren Temperatur eingestellt wird.

Zweckmäßigerweise ist die als Pumpmedium verwendete Flüssigkeit das Kondensat der niedrigsiedenden Verunreinigungen.  
25

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens zeichnet sich aus durch

c) eine Unterdruckeinrichtung, welche im Kondensator einen  
30 definierten Unterdruck erzeugt, derart, daß die niedrigsiedenden Verunreinigungen bei der herrschenden Temperatur in Dampfform verbleiben und ausschließlich das reine Lösemittel kondensiert.

35 Die Vorteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung wurden



oben schon sinngemäß bei der Erläuterung des erfindungsgemäßen Verfahrens angegeben.

05 In den Ansprüchen 11 bis 22 sind vorteilhafte Ausgestaltungen der erfindungsgemäßen Vorrichtung beschrieben, deren Vorteile ebenfalls bereits schon oben bei der Diskussion des erfindungsgemäßen Verfahrens sinngemäß erläutert wurden. Ergänzend sei daher nur noch ausdrücklich auf wenige dieser Vorrichtungs-Ausgestaltungen eingegangen:

10

Verwendet man, wie in Anspruch 13 angegeben, eine volumetrisch arbeitende Pumpe, welche alle in der Verdampfungseinrichtung entstehenden Dämpfe unabhängig von ihrer Art zum Kondensator fördert, so wird vermieden, daß sich eine Verschiebung des Partialdruckverhältnisses in dem in den  
15 Kondensator übergeführten Dampf(gemisch) ergibt. Eine solche Verschiebung hätte einen schlechteren Wirkungsgrad der nachfolgenden selektiven Kondensation zur Folge.

20 Nach Anspruch 18 eignet sich zur Erzeugung des Unterdruckes in dem Kondensator insbesondere eine Flüssigkeitsringpumpe, die ständig bei ihrem Enddruck arbeitet, welcher durch dem Partialdruck der Ringflüssigkeit bestimmt ist. Dann entspricht auch der Unterdruck im Kondensator dem Partialdruck  
25 der Ringflüssigkeit.

Entsprechend Anspruch 19 kann der Flüssigkeitsringpumpe ein extern gekühlter Kondensator für die niedrigsiedenden Verunreinigungen nachgeschaltet sein. In diesem Kondensator,  
30 der beispielsweise eine Wasserkühlschlange enthalten kann, werden dann die niedrigsiedenden Verunreinigungen als Flüssigkeit gewonnen.

Nach Anspruch 22 kann zwischen dem Kondensator und der  
35 Flüssigkeitsringpumpe eine Verbindungsleitung vorgesehen

sein, über welche permanente Gase aus dem Kondensator der Flüssigkeitsringpumpe zugeführt werden können. Diese permanenten Gase verringern die Neigung zur Kavitationsbildung innerhalb der Flüssigkeitsringpumpe und reduzieren somit  
05 Verschleiß und Betriebsgeräusch.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung wird nachfolgend anhand der Zeichnung näher erläutert; die einzige Figur zeigt schematisch eine Vorrichtung zur Aufarbeitung höher-  
10 siedender Kohlenwasserstoffe.

Der z.B. von einer Chemisch-Reinigungsmaschine kommende, mit Verunreinigungen behaftete höhersiedende Kohlenwasserstoff wird über die Leitung 1 an einem Punkt 2 in einen  
15 Kreislauf eingegeben, der in der Vorrichtung zirkuliert und nachfolgend näher erläutert wird. Die Zugabe erfolgt kontinuierlich; fällt das verunreinigte Lösemittel - wie dies bei Chemisch-Reinigungsmaschinen der Fall ist - chargenweise an, so erfolgt eine Zwischenspeicherung in einem Tank. Vor  
20 der Zugabe in den Kreislauf am Punkt 2 kann in einer Anfahrheizung eine Erwärmung des Lösemittels auf eine Temperatur im Bereich zwischen etwa 125 und 130° C erfolgen.

Der im Kreislauf zirkulierende Rückstand, welcher das am  
25 Punkt 2 neu zugegebene, verunreinigte Lösemittel enthält, strömt zunächst in einen Wärmetauscher 3, welchen er mit einer Temperatur von etwa 140° C in überhitztem Zustand verläßt. Es gelangt dann in einen Entspannungs-Verdampfer 4, in welchem ein Absolutdruck von etwa 50 Millibar herrscht.  
30 Durch den Entzug der Verdampfungswärme sinkt die Temperatur des Lösemittels und der Dämpfe innerhalb des Entspannungs-Verdampfers 4 auf etwa 128 bis 130° C ab.

Am Boden des Entspannungs-Verdampfers 4 sammelt sich das  
35 nicht verdampfte Lösemittel, welches mit höher siedenden

Verunreinigungen angereichert ist. Es wird als Rückstand von der Pumpe 5 einem Kondensator 6 zugeführt, den es als Kühlflüssigkeit durchläuft und aus dem es über eine Drossel 7 wieder zu dem oben bereits erwähnten Leitungspunkt 2 gelangt.

Der Rückstand durchläuft den soeben beschriebenen Kreislauf mehrfach, wobei bei jedem Durchgang durch den Entspannungs-Verdampfer 4 ein Teil des Lösemittels und die hierin enthaltenen niedrig siedenden Verunreinigungen abdampfen, während sich der Rückstand, welcher von der Pumpe 5 aus dem Entspannungs-Verdampfer 4 abgezogen wird, immer mehr mit höhersiedenden Verunreinigungen anreichert. Nach einer gewissen Zeit hat sich der im Kreislauf befindliche Rückstand so stark mit höhersiedenden Verunreinigungen angereichert, daß sich für ihn eine erhebliche Siedepunktsverschiebung ergibt. Dies läßt sich durch eine Veränderung der Temperatur und/oder des Druckes innerhalb des Entspannungs-Verdampfers 4 feststellen. Hierzu werden die Ausgangssignale ein Temperatursensors 8 und eines Drucksensors 25 einer Auswertelektronik 26 zugeführt, in welcher die Siedepunktskurve des Lösemittels abgespeichert ist. Tritt eine signifikante Abweichung von der gespeicherten Siedepunktskurve auf, so öffnet die Auswertelektronik 26 ein Magnetventil 9. Dieses liegt in einer Abzugsleitung 10, die von der zwischen der Pumpe 5 und dem Kondensator 6 verlaufenden Leitung 11 abzweigt. Der im Kreislauf befindliche Rückstand wird nunmehr über die Leitung 10 abgezogen; er besteht fast ausschließlich aus höhersiedenden Verunreinigungen.

30

Zum Entspannungs-Verdampfer 4 gelangt nunmehr zunächst ausschließlich das über die Leitung 1 frisch zugeführte, von der Chemisch-Reinigungsmaschine kommende verunreinigte Lösemittel. Dieses enthält noch einen hohen Anteil niedrig siedender Bestandteile, die im Entspannungs-Verdampfer

35

4 im "normalen" Bereich der Siedepunktskurve zur Verdampfung  
gelangen. Das Magnetventil 9 wird durch die Auswertelektronik  
26 wieder geschlossen. Der Kreislauf des Rückstands vom  
Leitungspunkt 2 über den Wärmetauscher 3, den Entspannungs-  
05 Verdampfer 4, die Pumpe 5, den Kondensator 6 und die Drossel  
7 beginnt von neuem.

Die in dem Entspannungs-Verdampfer 4 entstehenden Dämpfe  
enthalten, wie oben bereits erwähnt, das Lösemittel selbst  
10 sowie niedrig siedende Verunreinigungen. Diese Dämpfe  
durchqueren zunächst noch innerhalb des Entspannungs-Ver-  
dampfers 4 einen Abscheider 12, an welchem sich Aerosole  
abscheiden. Die Dämpfe werden von einem volumetrisch arbei-  
tenden Gebläse 13, z.B. einem Roots-Gebläse, abgesaugt,  
15 welches innerhalb des Entspannungs-Verdampfers 4 für den  
bereits erwähnten Absolutdruck von etwa 50 Millibar sorgt.  
Das volumetrisch arbeitende Gebläse 13 fördert alle Arten von  
Dämpfen und Gasen in der gleichen Weise, so daß also keine  
Verschiebung des Partialdruckverhältnisses in dem von ihm  
20 bewegten Dampf(gemisch) auftreten kann.

Durch die vom Gebläse 13 an den Dämpfen geleistete Arbeit  
steigt deren Temperatur von den oben bereits erwähnten  
ca. 128 bis 130° C, die im Normalbetrieb innerhalb des  
25 Entspannungs-Verdampfers 4 herrschen, auf ca. 150° C.  
Mit dieser Temperatur werden die Dämpfe dem Wärmetauscher  
3 zugeführt und heizen dort, wie ebenfalls schon erläutert,  
den im Kreislauf zirkulierende Rückstand auf diejenige  
Temperatur auf, die zum Einlaß in den Entspannungs-Ver-  
30 dampfer 4 erforderlich ist.

Die so vorgekühlten Dämpfe verlassen den Wärmetauscher  
3 und werden dem Kondensator 6 zugeführt, in dem auf eine  
noch zu beschreibende Weise ein ganz definiertes Vakuum  
35 aufrecht erhalten wird. Dieses Vakuum wird bei der herr-

schenden Dampftemperatur so eingestellt, daß innerhalb des Kondensators 6 gerade das Lösemittel auskondensiert, die niedrigsiedenden Verunreinigungen dagegen in der Dampf-  
form bleiben und über eine Leitung 14 abgezogen werden  
05 können. Das wiedergewonnene, nunmehr sowohl von höher-  
den als auch von niedrigsiedenden Verunreinigungen befreite  
Lösemittel wird von der Pumpe 15 aus dem Kondensator 6  
ausgefördert und über die Leitung 16 der Wiederverwendung  
zugeführt.

10

Die über die Leitung 14 aus dem Kondensator 6 entnommenen  
Dämpfe der niedrig siedenden Verunreinigungen werden von  
einer Flüssigkeits-Ringpumpe 17 über eine Drossel 18 abge-  
zogen. Die Flüssigkeits-Ringpumpe 17 wird dabei so betrieben,  
15 daß der Druck in der Leitung 14 und damit im Kondensator 6  
ausschließlich vom Flüssigkeits-Partialdruck ihrer Ringflüs-  
sigkeit bestimmt ist.

Die Flüssigkeits-Ringpumpe 17 führt die Dämpfe niedrig-  
20 siedender Verunreinigungen einem Kondensator 19 zu, der  
von einer Kühlschlange 20 gekühlt wird. Das sich im Kondensator 19 bildende Kondensat der niedrigsiedenden Verunreinigungen wird über eine Leitung 21 kontinuierlich abgezogen.

25 Ein kleiner Teil des Kondensates der niedrigsiedenden Verunreinigungen wird über eine Rückführleitung 22 zur Flüssigkeits-Ringpumpe 17 zurückgeführt und dient dort als Ringflüssigkeit, welche den von der Flüssigkeits-Ringpumpe 17 erzeugten Druck in der Leitung 14 und im Kondensator  
30 6 bestimmt. Die genaue Einstellung des Partialdruckes,  
bei welchem der "richtige" Trennschnitt innerhalb des  
Kondensators 6 bei der dort herrschenden Betriebstemperatur  
erfolgt, bei welcher also gerade das Lösemittel kondensiert,  
während die niedrigsiedenden Verunreinigungen noch in  
35 Dampfform verbleiben, erfolgt durch Wahl der Temperatur

- des Kondensates der niedrigsiedenden Verunreinigungen, welches den Wärmetauscher 19 verläßt. Diese Temperatur wird durch einen Temperatursensor 23 überwacht, der in geeigneter Weise mit einem Regelkreis (in der Zeichnung nicht dargestellt) verbunden ist. Dieser Regelkreis steuert die Kühlung innerhalb des Kondensators 19 so, daß das den Kondensator 19 verlassende Kondensat stets dieselbe, vorgewählte Temperatur hat.
- 10 Auf diese Weise ist durch einfache Temperaturstabilisierung des Kondensates niedrigsiedender Flüssigkeiten eine äußerst exakte und unempfindliche Regelung des Druckes im Kondensator 6 möglich, welcher für den richtigen Trennschnitt innerhalb des Kondensators 6 verantwortlich ist.
- 15 In der Zeichnung ist noch eine Verbindungsleitung 24 dargestellt, über welche dem Kondensator 19 permanente Gase entnommen und der Flüssigkeits-Ringpumpe 17 zugeführt werden können. Die permanenten Gase wirken der Kavitationsbildung innerhalb der Flüssigkeits-Ringpumpe 17 entgegen.
- 20 Eine Zusatzheizung 27 dient dazu, den sich im Entspannungs-Verdampfer 4 bildenden bzw. dort bereits befindlichen Rückstand in der Anfahrphase der Vorrichtung auf die erforderliche Temperatur zu bringen und gegebenenfalls im Betrieb der Vorrichtung kleine Veränderungen der Temperatur des Rückstandes zu bewirken, diese Temperatur also zu "trimmen".
- 30 In der Anfahrphase der Vorrichtung kann außerdem über eine Leitung 28 dem Kondensator 6 Destillat entnommen und dem Gebläse 13 zugeführt werden, damit eine Überhitzung des Gebläses 13 vermieden und gleichzeitig die Wärme auf den Entspannungs-Verdampfer 4 übertragen wird.

Die gesamte Vorrichtung kommt im wesentlichen ohne Zufuhr externer Wärme aus, sieht man von einer evtl. erforderlichen Anfahrheizung ab. Durch die geschickte Wahl der verschiedenen Wärmetauscher sowie durch die mechanische  
05 Energie des Gebläses 13, welche in Wärme umgesetzt wird, ist ein kontinuierlicher Betrieb mit geschlossenem Wärmehaushalt möglich.

## Patentansprüche

=====

05

1. Verfahren zur Aufbereitung verunreinigter, höhersiedender Lösemittel, bei welchem in einem Verdampfungsprozeß alle Bestandteile des verunreinigten Lösemittels mit Ausnahme der höhersiedenden Verunreinigungen in Dampfform übergeführt werden und bei welchem nachfolgend das Lösemittel kondensiert wird,

10

dadurch gekennzeichnet, daß

- 15 in dem nachfolgenden Kondensationsprozeß durch Wahl von Temperatur und/oder Druck selektiv das Lösemittel kondensiert wird, während niedrigsiedende Verunreinigungen in der Dampfform verbleiben.

- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfung des verunreinigten Lösemittels in einem Entspannungsvorgang erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die im Verdampfungsprozeß entstehenden Dämpfe beim Absaugen komprimiert werden und die dabei den Dämpfen zugeführte Wärme sowie die Verdampfungsenthalpie zur Vorheizung des der Verdampfung zugeführten verunreinigten Lösemittels eingesetzt wird.

25

30

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die im Verdampfungsprozeß entstehenden Dämpfe volumetrisch zum Kondensationsprozeß gefördert werden.

35



5. Verfahren nach einem der vorstehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß der beim Verdampfungsprozeß  
zurückbleibende Rückstand mehrfach im Kreis der Verdampfung  
zugeführt wird, bis er annähernd vollständig aus höher-  
05 siedenden Verunreinigungen besteht.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Siedepunkt des sich beim Verdampfen bildenden  
Rückstands überwacht wird und bei einer signifikanten Ver-  
10 schiebung des Siedepunktes der im Kreislauf befindliche  
Rückstand abgezogen wird.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß der bei der Verdampfung  
15 zurückbleibende Rückstand als Kühlmittel bei der Konden-  
sation der entstandenen Dämpfe verwendet wird.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Abtrennung des Löse-  
20 mittels von den niedrigsiedenden Verunreinigungen in der  
Kondensation bei einem Druck erfolgt, welcher dem Partial-  
druck einer als Pumpmedium verwendeten Flüssigkeit entspricht.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet,  
25 daß der Partialdruck der als Pumpmittel verwendeten  
Flüssigkeit durch Regelung von deren Temperatur eingestellt  
wird.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet,  
30 daß die als Pumpmedium verwendete Flüssigkeit das  
Kondensat der niedrigsiedenden Verunreinigungen ist.
11. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach An-  
spruch 1 mit

a) einer Verdampfungseinrichtung, in welcher alle Bestandteile des verunreinigten Lösemittels mit Ausnahme der höhersiedenden Verunreinigungen in Dampfform übergeführt werden;

05

b) einem Kondensator, in welchem das Lösemittel aus der Dampfform kondensiert wird,

gekennzeichnet durch

10

c) eine Unterdruckeinrichtung (17, 19, 20, 21, 22, 23), welche im Kondensator (6) einen definierten Unterdruck erzeugt, derart, daß die niedrigsiedenden Verunreinigungen bei der herrschenden Temperatur in Dampfform verbleiben und ausschließlich das reine Lösemittel kondensiert.

15

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfungseinrichtung (4) ein Entspannungs-Verdampfer ist, in dem ein Unterdruck herrscht.

20

13. Vorrichtung nach Anspruch 12, gekennzeichnet durch eine volumetrisch arbeitende Pumpe (13), welche alle in der Verdampfungseinrichtung (4) entstehenden Dämpfe ohne Verschiebung des Partialdruckverhältnisses zum Kondensator (6) fördert.

25

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, gekennzeichnet durch einen Wärmetauscher (3), in welchem ein Wärmeübergang von den von der volumetrisch arbeitenden Pumpe (13) erhitzten Dämpfen zu dem der Verdampfungseinrichtung (4) zugeführten verunreinigten Lösemittel stattfindet.

30

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühlflüssigkeit im Kondensator (6) der in der Verdampfungseinrichtung (4) zurückbleibende

35

Rückstand ist.

16. Vorrichtung nach Anspruch 15, gekennzeichnet durch  
eine Pumpe (5), welche den in der Verdampfungseinrichtung  
05 (4) gebildeten Rückstand durch den Kondensator (6) hindurch  
im Kreislauf zurück zum Einlaß der Verdampfungseinrichtung  
(4) fördert.

17. Vorrichtung nach Anspruch 16, gekennzeichnet durch  
10 eine Einrichtung (8, 25, 26), welche den Siedepunkt des  
Rückstandes in der Verdampfungseinrichtung (4) überwacht und  
bei einer signifikanten Veränderung ein Ventil (9) öffnet,  
über welches der im Kreislauf befindliche Rückstand abgezogen  
wird.

15 18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 11 bis 17, dadurch  
gekennzeichnet, daß die Unterdruckeinrichtung (17,  
20, 21, 22, 23) eine Flüssigkeitsringpumpe (17) umfaßt,  
die so betrieben wird, daß der von ihr erzeugte Unterdruck  
20 ausschließlich durch den Partialdruck der Ringflüssigkeit  
bestimmt ist.

19. Vorrichtung nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet,  
daß der Flüssigkeitsringpumpe (17) ein extern gekühlter  
25 Kondensator (19) für die niedrigsiedenden Verunreinigungen  
nachgeschaltet ist.

20. Vorrichtung nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Ringflüssigkeit das in dem Kondensator (19)  
30 gebildete Kondensat der niedrigsiedenden Verunreinigungen  
ist.

21. Vorrichtung nach Anspruch 20, gekennzeichnet durch  
einen Temperatursensor (23), welcher die Temperatur  
35 der Ringflüssigkeit mißt, und durch eine Regeleinrichtung,

welche die Kühlung (20) des Kondensators (19) nach dem Ausgangssignal des Temperatursensors (23) so steuert, daß eine konstante Temperatur des Kondensats aufrecht erhalten wird.

05

22. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 16 bis 20, gekennzeichnet durch eine Verbindungsleitung (24) zwischen Kondensator (19) und Flüssigkeitsringpumpe (17), über welche permanente Gase aus dem Kondensator (19) der Flüssigkeitsringpumpe zugeführt werden können.
- 10

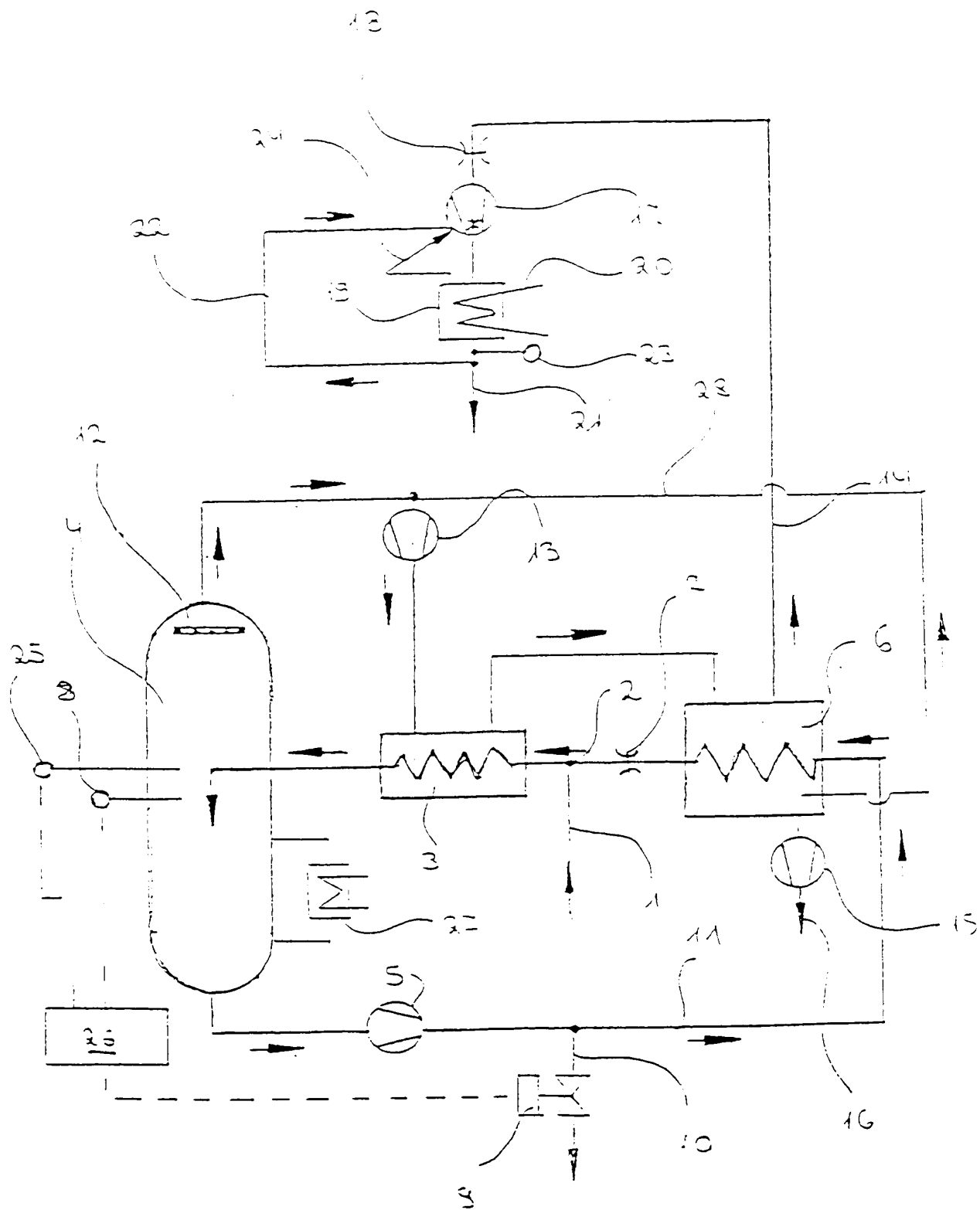


FIG. 1

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP93/01361

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl.<sup>5</sup> : B01D 5/00; B01D 3/06; B01D 1/00; B01D 1/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int. Cl.<sup>5</sup> : B01D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US, A, 2 067 627 (PENNSYLVANIA PETROLEUM RESEARCH CORPORATION) 12 January 1937,	1
Y	see page 1, right-hand column, line 17 - page 2, left-hand column, line 44; figure 1	1,11
X	US, A, 1 940 803 (FLOYD L. KALLAM) 26 December 1933, see page 1, lines 78-110	1,11
	see page 3, lines 87-127; figure 4	
Y	EP, A, 0 154 868 (MULTIMATIC MASCHINEN GMBH) 18 September 1985,	1,11
A	see page 9, line 1 - page 10, line 26; figure 1	2-10,12-17
A	FR, A, 1 347 558 (LEYBOLD-HOCHVAKUUM-ANLAGEN) 18 November 1963, see the whole document	1,11,18-22
A	FR, A, 2 360 055 (BOC LIMITED) 24 February 1978, see claim	1

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

7 September 1993 (07.09.93)

Date of mailing of the international search report

16 September 1993 (16.09.93)

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

-2

International application No.

PCT/EP93/01361

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR, A, 2 384 521 (VEREINIGTE EDELSTAHLWERKE AG) 20 October 1978, see page 3, lines 14-21; figure 1	2,5,12
A	EP, A, 0 236 813 (EBRO ELECTRONIC GMBH) 16 September 1987, -----	

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT  
ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

EP 9301361  
SA 74835

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.  
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on  
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

07/09/93

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-2067627		US-A- 2183094	
US-A-1940803		None	
EP-A-0154868	18-09-85	DE-A- 3413892 JP-A- 60209202	05-09-85 21-10-85
FR-A-1347558		None	
FR-A-2360055	24-02-78	GB-A- 1582955 AU-B- 514422 AU-A- 2739977 BE-A- 857274 DE-A- 2733745 JP-A- 53040684 US-A- 4188793	21-01-81 12-02-81 01-02-79 14-11-77 02-02-78 13-04-78 19-02-80
FR-A-2384521	20-10-78	AT-A- 372874 BE-A- 864776 CH-A- 636532 DE-A, C 2811046 GB-A- 1601906 JP-C- 1366375 JP-A- 53131969 JP-B- 61030801 SE-B- 423790 SE-A- 7802395 US-A- 4223696	25-11-83 03-07-78 15-06-83 05-10-78 04-11-81 26-02-87 17-11-78 16-07-86 07-06-82 22-09-78 23-09-80
EP-A-0236813	16-09-87	DE-A- 3607605 JP-A- 62213802	10-09-87 19-09-87



## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 93/01361

<b>I. KLASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS</b> (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben)*		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int.Kl. 5	80105/00;	80103/06; 80101/00; 80101/28
<b>II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE</b>		
Recherchierte Mindestprüfstoff <sup>7</sup>		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	8010	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>		
<b>III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN <sup>9</sup></b>		
Art. <sup>9</sup>	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
X	US,A,2 067 627 (PENNSYLVANIA PETROLEUM RESEARCH CORPORATION) 12. Januar 1937	1
Y	siehe Seite 1, rechte Spalte, Zeile 17 - Seite 2, linke Spalte, Zeile 44; Abbildung 1	1, 11
X	US,A,1 940 803 (FLOYD L. KALLAM) 26. Dezember 1933 siehe Seite 1, Zeile 78 - Zeile 110 siehe Seite 3, Zeile 87 - Zeile 127; Abbildung 4	1, 11
Y	EP,A,0 154 868 (MULTIMATIC MASCHINEN GMBH) 18. September 1985	1, 11
A	siehe Seite 9, Zeile 1 - Seite 10, Zeile 26; Abbildung 1	2-10, 12-17
-/-		
<p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen <sup>10</sup> :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
<b>IV. BESCHEINIGUNG</b>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche		Abschließdatum des internationalen Recherchenberichts
07. SEPTEMBER 1993		16. 09. 93
Internationale Recherchenbehörde		Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten
EUROPAISCHES PATENTAMT		VAN BELLEGHEM W.

III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)		
Art °	Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	FR,A,1 347 558 (LEYBOLD-HOCHVAKUUM-ANLAGEN) 18. November 1963 siehe das ganze Dokument ---	1, 11, 18-22
A	FR,A,2 360 055 (BOC LIMITED) 24. Februar 1978 siehe Anspruch ---	1
A	FR,A,2 384 521 (VEREINIGTE EDELSTAHLWERKE AG) 20. Oktober 1978 siehe Seite 3, Zeile 14 - Zeile 21; Abbildung 1 ---	2, 5, 12
A	EP,A,0 236 813 (EBRO ELECTRONIC GMBH) 16. September 1987 -----	

# ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.

EP 9301361  
SA 74835

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

07/09/93

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US-A-2067627		US-A- 2183094	
US-A-1940803		Keine	
EP-A-0154868	18-09-85	DE-A- 3413892 JP-A- 60209202	05-09-85 21-10-85
FR-A-1347558		Keine	
FR-A-2360055	24-02-78	GB-A- 1582955 AU-B- 514422 AU-A- 2739977 BE-A- 857274 DE-A- 2733745 JP-A- 53040684 US-A- 4188793	21-01-81 12-02-81 01-02-79 14-11-77 02-02-78 13-04-78 19-02-80
FR-A-2384521	20-10-78	AT-A- 372874 BE-A- 864776 CH-A- 636532 DE-A,C 2811046 GB-A- 1601906 JP-C- 1366375 JP-A- 53131969 JP-B- 61030801 SE-B- 423790 SE-A- 7802395 US-A- 4223696	25-11-83 03-07-78 15-06-83 05-10-78 04-11-81 26-02-87 17-11-78 16-07-86 07-06-82 22-09-78 23-09-80
EP-A-0236813	16-09-87	DE-A- 3607605 JP-A- 62213802	10-09-87 19-09-87

